# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2002-263474

(43) Date of publication of application: 17.09.2002

(51)Int.Cl.

B01J 19/08

(21)Application number : 2001-059888

(71)Applicant: C I KASEI CO LTD

(22)Date of filing:

05.03.2001

(72)Inventor: TAKINOSAWA HIROOMI

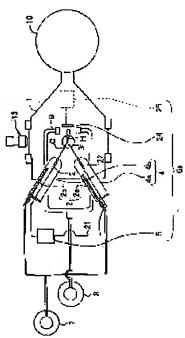
### (54) MANUFACTURING DEVICE AND MANUFACTURING METHOD FOR SUPERFINE **PARTICLE**

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the manufacturing device and manufacturing method of superfine particles by which productivity is improved, a manufacturing cost is reduced, energy efficiency is improved, the manufacturing device is simplified, reliability is improved, the restrictions of a raw material are reduced and impurities are reduced.

SOLUTION: This manufacturing device of the superfine particles is provided with a plasma arc generation means 6a having two shifting type plasma torches 4a and 4b provided with acting gas blow-off nozzles 2a and 2b and electrodes 22 and 23, a current power source 5 disposed in a circuit 21 connected to the electrodes 22 and 23, a short-circuit body 24 mutually short-circuiting the electrodes 22 and 23 and a short-circuit body moving means 25 and which a reacting/cooling gas blow-off nozzle 9 for blowing reacting/cooling gas to evaporative gas generated by exposing a plasma arc generated from the shifting type plasma torches 4a and 4b to a raw

material body 3 to be the raw material of the superfine particles.



#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]
[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-263474 (P2002-263474A)

(43)公開日 平成14年9月17日(2002.9.17)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

B 0 1 J 19/08

B 0 1 J 19/08

K 4G075

#### 審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全 13 頁)

(21)出願番号

特順2001-59888(P2001-59888)

(22)出願日

平成13年3月5日(2001.3.5)

(71)出顧人 000106726

シーアイ化成株式会社

東京都中央区京橋1丁目18番1号

(72)発明者 滝野沢 洋臣

東京都中央区京橋一丁目18番1号 シーア

イ化成株式会社内

(74)代理人 100064908

弁理士 志賀 正武 (外6名)

Fターム(参考) 40075 AA27 BB02 BD12 BD24 CA02

CA03 CA17 CA47 CA63 DA02

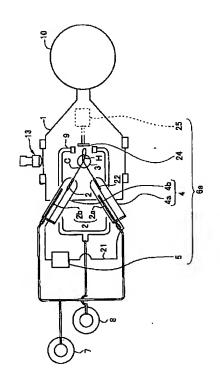
EB01 EC06 EC21 FB02

## (54) 【発明の名称】 超微粒子の製造装置および製造方法

#### (57)【要約】

【課題】 高生産性、低製造コスト、高エネルギー効率、製造装置の簡素化および信頼性の向上が可能であり、原料の制約が少なく、不純物が少ない超微粒子の製造装置および製造方法を提供する。

【解決手段】 超微粒子の製造装置が、作用ガス吹き出しノズル2a,2bと電極22,23とを具備する2つの移行型プラズマトーチ4a,4b、および、前記電極22,23を接続した回路21に設けられた電流電源5、および、前記電極22,23同士を短絡する短絡体24、および、短絡体移動手段25を有するプラズマアーク発生手段6aと、前記移行型プラズマトーチ4a,4bから発生したプラズマアークを超微粒子の原料となる原料体3にあてることによって発生した蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付ける反応・冷却ガス吹き付けノズル9とを具備する。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記(A)および(B)を具備すること を特徴とする超微粒子の製造装置。

1

(A) 作用ガスを吹き出す作用ガス吹き出しノズルおよ びプラズマアークを発生させるための電極を具備する2 つの移行型プラズマトーチと、

前記電極間を接続した回路に設けられた電流電源と、 前記電極間を電気的に短絡させる短絡体と、

該短絡体を移動させる短絡体移動手段およびまたは前記 2つの移行型プラズマトーチの少なくともいずれか一方 10 を移動させるプラズマトーチ移動手段とを有し、

前記2つの移行型プラズマトーチは、その先端から発生 する2つのプラズマアークが互いに接触するように設置 されたプラズマアーク発生手段。

(B) 前記移行型プラズマトーチから発生したプラズマ アークを超微粒子の原料となる原料体にあてることによ って発生した蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付ける反 応・冷却ガス吹き付けノズル。

【請求項2】 下記(C)および(D)を具備すること を特徴とする超微粒子の製造装置。

(C) 作用ガスを吹き出す作用ガス吹き出しノズルおよ びプラズマアークを発生させるための電極とを具備する 2つの移行型プラズマトーチと、

前記電極間を接続した回路に設けられた電流電源と、 前記2つの移行型プラズマトーチの少なくともいずれか 一方を移動させるプラズマトーチ移動手段とを有し、 前記移行型プラズマトーチは、その先端から発生するプ ラズマアークが接触するように設置されたプラズマアー ク発生手段。

(D) 前記移行型プラズマトーチから発生したプラズマ アークを超微粒子の原料となる原料体にあてることによ って発生した蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付ける反 応・冷却ガス吹き付けノズル。

【請求項3】 前記電流電源は、直流電源と、交流電源 を有する高周波アーク発生手段とを具備し、直流電圧に 高周波交流電圧を重畳させることを特徴とする請求項3 に記載の超微粒子の製造装置。

【請求項4】 作用ガスを吹き出しながら、2つの移行 型プラズマトーチの電極を直流電源によって通電して、 V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを形 40 成させ、このV字状プラズマアークまたはY字状プラズ マアークを超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原 料体を気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに 反応・冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応 ・冷却ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を 形成することを特徴とする超微粒子の製造方法。

【請求項5】 作用ガスを吹き出しながら、電極間を電 気的に短絡させる短絡体に近接した2つの移行型プラズ マトーチの電極を通電して、前記電極と前記短絡体との 間にパイロットアークを発生させ、

前記短絡体と前記電極との距離を広げ、前記パイロット アークを成長させて、V字状プラズマアークまたはY字 状プラズマアークを形成させ、

該V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアーク を、超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を 気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・ 冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応・冷却 ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成す ることを特徴とする超微粒子の製造方法。

【請求項6】 作用ガスを吹き出しながら、電極間を電 気的に短絡させる短絡体に接触した2つの移行型プラズ マトーチの電極を通電して、前記電極と前記短絡体とを 離してパイロットアークを発生させ、

前記短絡体と前記電極との距離を広げ、前記パイロット アークを成長させて、V字状プラズマアークまたはY字 状プラズマアークを形成させ、

該V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアーク を、超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を 気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・ 20 冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応・冷却 ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成す ることを特徴とする超微粒子の製造方法。

【請求項7】 作用ガスを吹き出しながら、電極同士が 近接した2つの移行型プラズマトーチの電極を通電し て、パイロットアークを発生させ、

前記2つの移行型プラズマトーチの少なくともいずれか 一方を移動させ、前記パイロットアークを成長させて、 V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを形 成させ、

該V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアーク を、超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を 気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・ 冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応・冷却 ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成す ることを特徴とする超微粒子の製造方法。

【請求項8】 前記電極の間に直流電圧と高周波交流電 圧とを印加し重畳させて、パイロットアークを発生させ ることを特徴とする請求項5~7のいずれかに記載の超 微粒子の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、高生産性、低製造 コスト、高エネルギー効率、製造装置の簡素化および信 頼性の向上が可能であり、原料の制約が少なく、不純物 の少ない超微粒子の製造装置および製造方法に関する。 [0002]

【従来の技術】従来の超微粒子の製造装置および製造方 法として、移行型直流プラズマアーク法、非移行型直流 プラズマアーク法、高周波プラズマ法、ハイブリッドプ 50 ラズマ法などが例示される。ここで、移行型とは、プラ

ズマトーチの電極と、プラズマトーチ外部に設置された 電極との電子の移行が起こってプラズマアークを発生さ. せるものであり、非移行型とは、プラズマトーチの電極 に負極および正極の2つの電極を具備し、プラズマトー チの外部に電子の移行がなくてもプラズマアークを発生 させるものである。移行型直流プラズマアーク法につい ては、例えば、特許第2980980号公報で製造装置 および製造方法が開示されている。この超微粒子の製造 装置は、図6に示す一例のようなものである。この超微 粒子製造装置は、外部と隔離するためのチャンバ31 と、カソード32を有するプラズマトーチ33と、アノ ードである原料体34と、プラズマトーチ33と原料体 34との間にプラズマアークを発生させるための電源3 5と、原料体34を保持、送り出す原料体保持・送り出 し装置36と、作用ガスタンク37から供給された作用 ガスをカソード32の周囲に吹き付ける作用ガス吹き付 けノズル38と、原料体34がプラズマアークによって 蒸発して発生した蒸発ガスに、反応・冷却ガスタンク3 9から供給された反応・冷却ガスを蒸発ガスに吹き付け る反応・冷却ガス吹き付けノズル40と、蒸発ガスを冷 却する蒸発ガス冷却タンク41と、コレクタ42とを有 する。カソード32は非消費極であり、原料体34は消 費極である。また、プラズマトーチ33は原料体34の 表面に対して斜めに角度をつけて一定の距離を置いて配

【0003】この装置の場合、まず、アルゴン、窒素、 水素およびこれらの混合ガスからなる作用ガスを作用ガ ス吹き付けノズル38から流出させながら、カソード3 2と原料体34とを電源35によって通電して、プラズ マアークを発生させる。これにより、電子はカソード3 2から原料体34に移行する。このように発生したプラ ズマアークにより、原料体34は加熱され、表面から蒸 発する。原料体34表面から蒸発した蒸発ガスは、プラ ズマアークによってプラズマトーチ33の前方側に吹き 流される。そして、この蒸発ガス流を横切るように、酸 素、窒素、空気およびこれらの混合ガスからなる反応・ 冷却ガスを、原料体34近傍に設置された反応・冷却ガ ス吹き付けノズル40から流出する。蒸発気体流に含ま れる金属蒸気は、反応・冷却ガスと反応して、あるいは 冷却されて、ナノサイズの金属酸化物微粒子などの超微 40 粒子を形成する。この超微粒子を含む気体流は蒸発ガス 冷却タンク41に移動し、蒸発ガス冷却タンク41内の コレクタ42によって分離される。

### [0004]

置されている。

【発明が解決しようとする課題】ところで、上述の方法 では、カソード32と原料体34との間を通電し、プラ ズマアークを発生させるので、原料体34に適用できる 材料は導電体に制限されていた。そのため、非導電性の 原料や粉体を、そのままの状態で蒸発(形成する超微粒 子が酸化物の場合、燃焼ということがある) させること 50 である。

はできなかった。そこで、非導電性の原料や粉体を導電 性原料体として用いるためには、非金属の導電性材料 (例えば、炭素材料) などを混合、成形して原料体34 を作製する前工程が必要であった。また、導電性材料、 特に炭素材料などに含まれる不純物が超微粒子に混入す ることがあった。このように不導体を原料として用いる 場合には、導電性材料のコストがかかるので、超微粒子 の製造コストが高かった。また、製造工程数が多くなる ので、生産性が低かった。さらに、炭素材料含有成形原 料体の場合、与えたエネルギーのかなりの量が炭素材料

4

【0005】また、移行型法のプラズマアークの高温部 の断面積は狭いが、細い原料体の入手、作製は困難であ るため、原料体の断面積が広くなる場合があり、蒸発面 は均一には加熱されない。均一に加熱するためには、原 料体34を回転させる必要があるが、この場合、加熱溶 融後、蒸発せずにアーク高温部から離れて冷却してしま い、原料ロスおよびエネルギーロスとなっていた。

の燃焼に費やされ、エネルギーロスとなっていた。

【0006】また、移行法型の場合、正極であるプラズ マトーチ33と負極である原料体34との距離が変わる と電気的条件(電流値、電圧)は変動してしまい、この 変動を自動的に修正する手段においては、原料体34の 送り出し量制御の為に複雑な機構が必要であり、装置の コストが高かった。また、原料体34の蒸発面に酸化物 が付着、堆積した場合、導電不良となってしまうため、 製造を一旦中断し、堆積物を除去しなければならず、生 産性を低下させていた。

【0007】また、非移行型直流プラズマアーク法は、 図7に示すように、1本のプラズマトーチ43が中心電 極44と外周電極45とを有し、これらを通電して、プ ラズマアークを発生させ、原料体46を溶融、蒸発させ るので、原料体46を通電する必要はないが、プラズマ アークの温度はプラズマトーチ43から離れるにしたが って急速に低下するため、原料体を蒸発させるには、多 くのエネルギーを必要とし、エネルギー効率が低かっ た。また、高周波プラズマ法は、誘導コイルの中央に作 用ガスを流してプラズマを発生させ、さらに原料を流し て蒸発させる。コイルの中央に原料を流して、蒸発させ るため、原料は粉末である必要がある。また、ハイブリ ッド法は、高温、高エネルギーのプラズマを発生させる ことができるが、原料は粉体でなければならない。 【0008】本発明は、前記事情を鑑みて行われたもの であり、高生産性、低製造コスト、、高エネルギー効 率、製造装置の簡素化および信頼性の向上が可能であ り、原料の制約が少なく、不純物の少ない超微粒子の製

造装置および製造方法を提供することを目的とする。

#### [0009]

【課題を解決するための手段】請求項1に係る超微粒子 の製造装置は、下記(A)および(B)を具備するもの

(A)作用ガスを吹き出す作用ガス吹き出しノズルおよびプラズマアークを発生させるための電極とを具備する2つの移行型プラズマトーチと、前記電極間を譲続した回路に設けられた電流電源と、前記電極間を電気的に短絡させる短絡体と、該短絡体を移動させる短絡体移動手段およびまたは前記2つの移行型プラズマトーチの少なくともいずれか一方を移動させるプラズマトーチは、その先端から発生する2つのプラズマアークが互いに接触するように設置されたプラズマアーク発生手段。

(B) 前記移行型プラズマトーチから発生したプラズマアークを超微粒子の原料となる原料体にあてることによって発生した蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付ける反応・冷却ガス吹き付けノズル。

【0010】また、請求項2に係る超微粒子の製造装置は、下記(C)および(D)を具備するものである。

(C)作用ガスを吹き出す作用ガス吹き出しノズルおよびプラズマアークを発生させるための電極とを具備する2つの移行型プラズマトーチと、前記電極間を接続した回路に設けられた電流電源と、前記2つの移行型プラズ20マトーチの少なくともいずれか一方を移動させるプラズマトーチは、その先端から発生するプラズマアークが互いに接触するように設置されたプラズマアーク発生手段。

(D) 前記移行型プラズマトーチから発生したプラズマアークを超微粒子の原料となる原料体にあてることによって発生した蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付ける反応・冷却ガス吹き付けノズル。本発明の超微粒子の製造装置においては、前記電流電源は、直流電源と、交流電源を有する高周波アーク発生手段とを具備し、直流電圧 30に高周波交流電圧を重畳させることが好ましい。

【0011】また、請求項4に係る超微粒子の製造方法は、作用ガスを吹き出しながら、2つの移行型プラズマトーチの電極を直流電源によって通電して、V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを形成させ、このV字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応・冷却ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成する方40法である。

【0012】また、請求項5に係る超微粒子の製造方法は、作用ガスを吹き出しながら、電極間を電気的に短絡させる短絡体に近接した2つの移行型プラズマトーチの電極を通電して、前記電極と前記短絡体との間にパイロットアークを発生させ、前記短絡体と前記電極との距離を広げ、前記パイロットアークを成長させて、V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを、超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を50

気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・ 冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応・冷却 ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成す る方法である。

6

【0013】また、請求項6に係る超微粒子の製造方法は、作用ガスを吹き出しながら、電極間を電気的に短絡させる短絡体に接触した2つの移行型プラズマトーチの電極を通電して、前記電極と前記短絡体とを離してパイロットアークを発生させ、前記短絡体と前記電極との距離を広げ、前記パイロットアークを成長させて、V字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを、超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付けて、前記蒸発ガスと前記反応・冷却ガスとを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成する方法である。

【0014】請求項7に係る超微粒子の製造方法は、作用ガスを吹き出しながら、電極同士が近接した2つの移行型プラズマトーチの電極を通電して、パイロットアークを発生させ、前記2つの移行型プラズマトーチの少なくともいずれか一方を移動させ、前記パイロットアークを成長させて、V字状プラズマアークまたはY字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを形成させ、該V字状プラズマアークを形成させ、該大学状プラズマアークを、超微粒子の原料となる原料体にあて、前記原料体を気化させて、蒸発ガスを発生させ、該蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付けて、前記原料体を気化させて、蒸発ガスを発生させ、該素発ガスと前記反応・冷却ガスを反応およびまたは冷却させて超微粒子を形成する方法である。本発明の超微粒子の製造方法では、前記電極の間に直流電圧と高周波交流電圧とを印加し重畳させて、パイロットアークを発生させることが好ましい。

#### [0015]

【発明の実施の形態】本発明の超微粒子製造装置の一例 を図1および図2に示す。この超微粒子製造装置は、外 部の雰囲気を遮断するチャンバ1と、移行型プラズマト ーチ4および電流電源5を有するプラズマアーク発生手 段6aと、移行型プラズマトーチ4に供給する作用ガス が充填された作用ガスタンク7と、反応・冷却ガスタン ク8に充填された反応・冷却ガスを原料体3が蒸発して 発生した蒸発ガスに吹き付ける反応・冷却ガス吹き付け ノズル9と、チャンバ1と連設し、原料体3が蒸発した 蒸発ガスを膨張させて冷却し、かつ蒸発ガスと生成した 超微粒子を分離する蒸発ガス冷却タンク10とを有する ものである。この装置において、移行型プラズマトーチ 4は、発生したプラズマアークの軸方向が、原料体3の 蒸発面に対して斜め方向に配置される。また、反応・冷 却ガス吹き付けノズル9は、プラズマトーチ4との間に 原料体3が配置されるように設けられる。

【0016】さらに、原料体3をチャンバ1の外から保

持し、原料体3を送り出す原料体保持・送り出し装置1 2と、原料体3が蒸発している位置を検出し、その情報 を解析し、信号を原料体保持・送り出し装置12に出力 して原料体3の送り出し速度を決定する蒸発面位置検出 装置13とを有している。ここで、反応・冷却ガスと は、原料体3が蒸発し、発生した蒸発ガスと反応する反 応ガス、およびまたは、蒸発ガスを冷却させる冷却ガス のことをいう。例えば、金属酸化物超微粒子や金属窒化 物超微粒子を形成させる場合に、反応・冷却ガスとして 用いられる酸素や窒素は反応・冷却ガスとなり、金属超 10 微粒子を形成させる場合に、反応・冷却ガスとして用い られる不活性ガスは冷却ガスとなる。このような反応・ 冷却ガスは、酸素、窒素、ヘリウム、空気またはこれら の混合物が好ましく用いられる。また、反応・冷却ガス の流量、反応・冷却ガス吹き付けノズル9の位置によっ て超微粒子の粒径および粒径分布をコントロールするこ

【0017】本実施形態におけるプラズマアーク発生手段6aは、アルゴン、窒素、水素およびこれらの混合物である作用ガスを吹き出す作用ガス吹き出しノズル2aおよびプラズマアークを発生させるための電極22を有する移行型プラズマトーチ4aと、作用ガス吹き出しノズル2bおよび電極23を有する移行型プラズマトーチ4bと、電極22,23を接続する回路21に設けられた電流電源5と、電極22,23間を電気的に短絡させる短絡体24と、短絡体24を移動させる短絡体移動手段25とを具備している。また、2つの移行型プラズマトーチ4a,4bは、先端から発生するプラズマアークが接触するようには、先端から発生するプラズマアークが接触するように設置されている。また、移行型プラズマトーチ4a,4bは、先端がノズル状の形状を有していることが好ましい。

とができる。

【0018】また、原料体3の形状は、丸棒状、角棒状のものを用いることができる。丸棒の場合、その直径は20~100mmであることが好ましい。このような棒状の原料体3を入手して使用してもよいし、粒状、粉状の原料に樹脂バインダを混合し、棒状の原料体3を作製して使用してもよい。樹脂バインダの混合比は、原料体全体の10~50重量%であることが好ましい。これら樹脂バインダを酸素存在下でプラズマアークによって燃焼させると、二酸化炭素および水となるので、超微粒子およびその製造には影響を与えることはない。また、原料体には粉状、粒状、塊状のものも用いることもできる。その場合には、原料体を蒸発用るつぼに充填することが好ましく、また、原料体保持・送り出し装置12は使用しない。

【0019】電流電源5は、直流電源と、交流電源を有する高周波アーク発生手段(図示せず)とを具備し、直流電圧に高周波交流電圧が重量できることが好ましい。 このような電流電源5により、電極22と電極23との50

間に、直流電圧と高周波交流電圧とを印加し重畳させ、 高周波アークを誘導させて、電極22と短絡体24、お よび、電極23と短絡体24との間にパイロットアーク A, Bを発生させることができる。このようにパイロッ トアークを発生させる具体例について説明する。作用ガ スを作用ガス吹き出しノズル2a,2bから移行型プラ ズマトーチ4 a, 4 b 内に吹き出し、さらに移行型プラ ズマトーチ4a,4bから作用ガスを流出させながら、 電極22と電極23とを電流電源5によって直流電圧を 印加し、通電する。この直流電圧に高周波アーク発生手 段によって高周波交流電圧を重畳して、高周波アークを 発生させる。そして、高周波アークの誘導により電極2 2と短絡体24、および、電極23と短絡体24との間 にパイロットアークA、Bを発生させる。その後、高周 波アーク発生手段による高周波交流電圧の重畳を止め て、高周波アークの発生を停止させる。

【0020】電極22,23は非消費性である。例えば、タングステンを主成分とした材料などが用いられる。短絡体24は、電気伝導性を有し、電極22,23と近接できる形状であれば制限されないが、タングステン、銅などの金属または炭素材料などが用いられたものが好ましい。また、水冷却ジャケットなどの冷却手段を有していることが好ましい。また、短絡体24および短絡体移動手段25には、パイロットアークを発生させるのに必要な電圧を予め入力し、その入力電圧に基づいて短絡体移動手段25が移動し、移行型プラズマトーチ4a,4bと短絡体24との距離を自動調節する機能を有していることが好ましい。

【0021】蒸発面位置検出装置13は、原料体の蒸発面の位置を検出し、プラズマアーク端と原料体表面との距離を一定に保つためのものである。上述した一例では、蒸発面位置検出装置13は、CCDカメラを具備しており、CCDカメラから入力した蒸発面の画像を画像処理システムにより解析し、信号を原料体保持・送り出し装置12に出力し、その信号に応じて原料体保持・送り出し装置12を作動させるものである。コレクタ11は、超微粒子と気体とを分離することができれば特に制限されず、例えば、フィルタなどが挙げられる。

【0022】上述した第一の実施形態における超微粒子の製造装置にあっては、プラズマアーク発生手段6aが、作用ガス吹き出しノズル2aと電極22を有する移行型プラズマトーチ4aと、作用ガス吹き出しノズル2bと電極23を有する移行型プラズマトーチ4bと、電極22,23間を接続する回路21に設けられた電流電源5と、電極22,23間を電気的に短絡させる短絡体24とを具備しており、移行型プラズマトーチ4a,4bは、先端から発生するプラズマアークが互いに接触するように設置されている。そのため、作用ガス吹き出しメル8から作用ガスを吹き出しながら、短絡体24と近接した電極22,23を電流電源5によって通電し、

40

高周波アークを誘導させることにより、図3に示すように、電極22と短絡体24、および、電極23と短絡体24との間にパイロットアークA、Bを発生させることができる。

【0023】また、短絡体24を移動させる短絡体移動 手段25を具備しているので、パイロットアークA、B が発生した後、短絡体移動手段25によって、短絡体2 4と電極22, 23との距離を広げ、パイロットアーク A. Bを成長させて、電極22と電極23との間で電子 が移動するV字状プラズマアークCを形成させることが できる。また、プラズマガス流によっては、Y字状プラ ズマアークが形成する。また、短絡体24と接触した電 極22,23を電流電源5によって通電し、短絡体24 を短絡体移動手段25によって、電極22,23から離 して、パイロットアークA、Bを発生させ、そのまま短 絡体24を移動させて、パイロットアークA、Bを成長 させて、V字状プラズマアークCを形成させてもよい。 【0024】このようなV字状プラズマアークCは、そ の中間点をプラズマトーチ間の中間電位を有する仮想電 極点と見なすことができる。そのため、原料体3に電子 を移行させる必要がなく、原料体3には、金属などの導 電性材料に限らず、金属酸化物などの非導電性材料を用 いることができる。したがって、原料体が非導電性の場 合に、従来行っていたような、炭素材料などの導電性物 質の混合の必要がなくなり、原料コストを低減できる。 また、炭素材料の燃焼に費やされていたエネルギーも削 減することができる。また、炭素材料などに含まれる不 純物の混入をなくすことができる。また、原料体として の制約が削減され、広範囲に原料を選択することができ

【0025】また、原料体3に電気を流す必要がないので、原料体3の溶融、酸化崩壊を起こすことがない。また、原料体保持・送り出し装置12に通電が不要となり、設備の構造が簡素化され、信頼性が向上する。また、原料体保持・送り出し装置12に消耗品である保持電極を設ける必要がなくなり、その費用を削減することができる。また、電気の漏電も防ぐことができる。また、非消費性の電極であるため、電気的変動が少なく、原料体3の送り出しの自動化が容易である。

【0026】また、上述したプラズマアーク発生手段6aでは、パイロットアークA, Bが接触した後、V字状プラズマアークCが形成されるので、V字先端付近はプラズマ濃度が高くなり、周囲よりも温度が高いアーク高温部Hを形成することができる。これらのことより、アーク高温部Hは、長さが長く、断面積も大きいので、原料体3の蒸発量を多くすることができる。その結果、超微粒子の生産性が向上する。また、プラズマアークの最適位置で原料体3を蒸発させることができるだけでなく、蒸発位置の位置設定の自由度が大きいので、超微粒スの特別なカースに表現しています。

物が付着しても、蒸発面が広いために、導電不良になる ことがなく、製造を一旦停止して、堆積物を除去するな どの作業が不要となる。また、出力効率が優れているた め、超微粒子製造に必要な消費電力を大幅に小さくする ことができる。

10

【0027】また、上述した第一の実施形態における超微粒子の製造装置にあっては、反応・冷却ガス吹き付けノズル9を有するので、蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付けて、反応・冷却ガスが酸素や窒素の場合には、金属酸化物超微粒子や金属窒化物超微粒子を形成させることができ、反応・冷却ガスが不活性ガスの場合には、金属超微粒子を製造することができる。また、その生産性もさらに向上する。このようにして形成された超微粒子を含む蒸発ガス流は、チャンバ1と連設している蒸発ガス冷却タンク10に移動し、さらに冷却される。蒸発ガス冷却タンク10に入った超微粒子は、コレクタ11により蒸発ガスと分離され、蒸発ガス冷却タンク10下部へと落下する。そして、蒸発ガス冷却タンク10下部へと落下する。そして、蒸発ガス冷却タンク10下部から抜き出して回収される。

【0028】また、上述した超微粒子の製造装置おいては、電流電源5が、直流電源と、交流電源を有する高周波アーク発生手段とを具備し、直流電圧に高周波交流電圧が重畳することにより、パイロットアークの発生をより容易にすることができる。その結果として、V字状プラズマアークCのアーク高温部Hを発生させることがさらに容易となる。また、移行型プラズマトーチ4a,4bは、先端がノズル状の形状を有していることにより、プラズマアーク中のプラズマ濃度をより高くすることができ、より高温にすることができる。

【0029】なお、本実施形態の超微粒子の製造装置 は、上述した実施形態に限定されるものではない。例え ば、上述した実施形態では、短絡体移動手段25を設け て、短絡体24を移動させ、電極22,23と短絡体2 4との距離を広げたが、プラズマトーチ移動手段により 2つの移行型プラズマトーチ4a, 4bの少なくともい ずれか一方を移動させ、電極22,23と短絡体24と の距離を広げてもよいし、短絡体移動手段25およびプ ラズマトーチ移動手段の両方を用いて、電極22、23 と短絡体24との距離を広げてもよい。また、原料体保 持・送り出し装置12は、図示例ではチャンバ1の下に 設けられているが、チャンバ1の横に設けて、原料体を 保持し、横方向に送り出すようにしてもよい。また、原 料体が粉体、粒状、塊状の場合には、原料体保持・送り 出し装置12は使用できないので、その代わりに蒸発用 るつぼを用いることができる。

料体3の蒸発量を多くすることができる。その結果、超 微粒子の生産性が向上する。また、プラズマアークの最 適位置で原料体3を蒸発させることができるだけでな く、蒸発位置の位置設定の自由度が大きいので、超微粒 子の粒径をコントロールしやすい。また、蒸発面に酸化 50 造装置と同様のものであり、チャンバ1と、作用ガスタ ンク7と、反応・冷却ガスタンク8と、反応・冷却ガス 吹き付けノズル9と、蒸発ガス冷却タンク10と、コレ クタ11と、原料体保持・送り出し装置12と、蒸発面 位置検出装置13とを有するものである。

【0031】本実施形態におけるプラズマアーク発生手段6bは、作用ガスを吹き出す作用ガス吹き出しノズル2aおよびプラズマアークを発生させるための電極22を有する移行型プラズマトーチ4aと、作用ガス吹き出しノズル2bおよび電極23を有する移行型プラズマトーチ4bと、電極22,23を接続する回路21に設けした電流電源5と、2つの移行型プラズマトーチ4a,4bの少なくともいずれか一方を移動させるプラズマトーチ4a,4bは、先端から発生するプラズマトーチ4a,4bは、先端から発生するプラズマアークが接触するように設置されている。また、移行型プラズマトーチ4a,4bは、先端がノズル状の形状を有していることが好ましい。

【0032】プラズマトーチ移動手段26は、図示例では2つの移行型プラズマトーチ4a,4bの両方に設けられているが、本発明ではこれに限定されず、少なくと20もいずれか一方の移行型プラズマトーチに設けられていればよい。その移動方法については、最終的にV字状プラズマアークを形成することができれば、特に制限されない。また、移動時に移行型プラズマトーチ先端が向き合った状態となることは、電極22,23が溶融、破損する可能性があるので、好ましくない。

【0033】電流電源5は、直流電源と、交流電源を有 する高周波アーク発生手段(図示せず)とを具備し、直 流電圧に高周波交流電圧が重畳できることが好ましい。 このような電流電源5により、電極22と電極23との 30 る。 間に、直流電圧と高周波交流電圧とを印加し重畳させ、 高周波アークを誘導させて、電極22と短絡体24、お よび、電極23と短絡体24との間にパイロットアーク A、Bを発生させることができる。このようにパイロッ トアークを発生させる具体例について説明する。作用ガ スを作用ガス吹き出しノズル2a.2bから移行型プラ ズマトーチ4a,4b内に吹き出し、さらに移行型プラ ズマトーチ4a,4bから作用ガスを流出させながら、 電極22と電極23とを電流電源5によって直流電圧を 印加し、通電する。この直流電圧に高周波アーク発生手 40 段によって高周波交流電圧を重畳して、高周波アークを 発生させる。そして、高周波アークの誘導により電極2 2と電極23との間にパイロットアークを発生させる。 その後、高周波アーク発生手段による高周波交流電圧の 重畳を止めて、高周波アークの発生を停止させる。

【0034】上述した第二の実施形態における超微粒子の製造装置にあっては、プラズマアーク発生手段6bが、作用ガス吹き出しノズル2aおよび電極22を有する移行型プラズマトーチ4aと、作用ガス吹き出しノズル2bおよび電極23を有する移行型プラズマトーチ450

bと、電極22,23を接続する回路21に設けられた電流電源5と、2つの移行型プラズマトーチ4a,4bの少なくともいずれか一方を移動させるプラズマトーチ移動手段26とを具備しており、移行型プラズマトーチ4a,4bは、先端から発生するプラズマアークが接触するように設置されている。そのため、作用ガスを吹き出しながら、電極22,23同士が近接した電極22,23を通電することにより、電極22,23間にパイロットアークを発生させることができる。

12

【0035】また、移行型プラズマトーチ4a, 4bを移動させるプラズマトーチ移動手段26を具備しているので、パイロットアークが発生した後、プラズマトーチ4a, 4bをプラズマトーチ移動手段26によって移動させ、パイロットアークを成長させて、電極22と電極23との間で電子が移動するV字状プラズマアークCを形成させることができる。また、プラズマガス流によってはY字状プラズマアークが形成する場合もある。

【0036】このようなV字状プラズマアークCは、その中間点をプラズマトーチ間の中間電位を有する仮想電極点と見なすことができる。そのため、原料体3に電子を移行させる必要がなく、原料体3には、金属などの導電性材料に限らず、金属酸化物などの非導電性材料を用いることができる。したがって、原料体が非導電性の場合に、従来行っていたような、炭素材料などの導電性物質の混合の必要がなくなり、原料コストを低減できる。また、炭素材料の燃焼に費やされていたエネルギーも削減することができる。また、炭素材料などに含まれる不純物の混入をなくすことができる。また、原料体としての制約が削減され、広範囲に原料を選択することができる。。

【0037】また、原料体3に電気を流す必要がないので、原料体3の溶融、酸化崩壊を起こすことがない。また、原料体保持・送り出し装置12に通電が不要となり、設備の構造が簡素化され、信頼性が向上する。また、原料体保持・送り出し装置12に消耗品である保持電極を設ける必要がなくなり、その費用を削減することができる。また、電気の漏電も防ぐことができる。また、非消費性の電極であるため、電気的変動が少なく、原料体3の送り出しの自動化が容易である。

【0038】また、上述したプラズマアーク発生手段6bでは、作用ガス吹き出しノズル2,2bから作用ガスを吹き出しながら、プラズマトーチ移動手段26によって移行型プラズマトーチ4a,4bを移動させ、電極22,23間で発生したパイロットアークを成長させて、V字状プラズマアークCを形成させるので、V字先端付近はプラズマ濃度が高くなり、周囲よりも温度が高いアーク高温部Hを形成することができる。これらのことより、アーク高温部Hは、長さが長く、断面積も大きいので、原料体3の蒸発量を多くすることができる。その結果、超微粒子の生産性が向上する。

【0039】また、アーク高温部日が大きいため、プラズマアークの最適位置で原料体3を蒸発させることができるだけでなく、蒸発位置の位置設定の自由度が大きいので、超微粒子の粒径をコントロールしやすい。また、蒸発面に酸化物が付着しても、蒸発面が広いために、導電不良になることがなく、製造を一旦停止して、堆積物を除去するなどの作業が不要となる。また、出力効率が優れているため、超微粒子製造に必要な消費電力を大幅に小さくすることができる。

【0040】また、上述した第二の実施形態における超 10 微粒子の製造装置にあっては、反応・冷却ガス吹き付けノズル9を有するので、蒸発ガスに反応・冷却ガスを吹き付けて、反応・冷却ガスが酸素や窒素の場合には、金属酸化物超微粒子や金属窒化物超微粒子を形成させることができ、反応・冷却ガスが不活性ガスの場合には、金属超微粒子を製造することができる。また、その生産性もさらに向上する。このようにして形成された超微粒子を含む蒸発ガス流は、チャンバ1と連設している蒸発ガス冷却タンク10に入った超微粒子は、コレクタ11に 20より蒸発ガスと分離され、蒸発ガス冷却タンク10下部へと落下する。そして、蒸発ガス冷却タンク10下部へと落下する。そして、蒸発ガス冷却タンク10下部から抜き出して回収される。

【0041】また、上述した超微粒子の製造装置おいては、電流電源5が、直流電源と、交流電源を有する高周波アーク発生手段とを具備し、直流電圧に高周波交流電圧が重畳することにより、パイロットアークの発生をより容易にすることができる。その結果として、V字状プラズマアークCのアーク高温部Hを発生させることがさらに容易となる。また、移行型プラズマトーチ4a, 4 30 bは、先端がノズル状の形状を有していることにより、プラズマアーク中のプラズマ濃度をより高くすることができ、より高温にすることができる。

【0042】また、上述した超微粒子の製造装置おいては、電流電源5が、直流電源と、交流電源を有する高周波アーク発生手段とを具備し、直流電圧に高周波交流電圧が重畳することにより、パイロットアークの発生をより容易にすることができる。その結果として、V字状プラズマアークCのアーク高温部Hを発生させることがさらに容易となる。また、移行型プラズマトーチ4a, 4 40 bは、先端がノズル状の形状を有していることにより、プラズマアーク中のプラズマ濃度をより高くすることができ、より高温にすることができる。

#### [0043]

【実施例】(実施例1) SiO2 超微粒子の製造方法 本実施例では、図1および図2に示す超微粒子製造装置 を使用した。まず、金属シリコン粗粒(粉砕品、粒度1 mm以下)と樹脂バインダを混合し、直径50mmの丸 棒状に圧縮成型して、金属シリコン粗粒を含む原料体を 作製した。この原料体を原料体保持・送り出し装置12 50

に取り付けた。次いで、移行型プラズマトーチ4a, 4bの電極22, 23に、タングステンが用いられ、丸棒状の短絡体24を近接させた。そして、作用ガスとしてアルゴンを作用ガス吹き出しノズル2a、2bから移行型プラズマトーチ4a, 4bから作用ガスを流出させながら、電極22と電極23とを直流電圧を印加し通電した。次いで、この直流電圧に高周波アーク発生手段によって高周波交流電圧を重量することにより、高周波アークを発生させた。そして、高周波アークの誘導により、電極22と短絡体24、および、電極23と短絡体24との間にパイロットアークA, Bを発生させた。

14

【0044】次いで、短絡体移動手段25を用いて、電極22,23と短絡体24との間を広げて、パイロットアークA,Bを次第に延長させ、成長させた。そして、2つのパイロットアークが接触し、電極22と電極23との間にV字状プラズマアークCが形成した。また、このV字状プラズマアークCのV字先端付近には、アーク高温部Hが形成した。

0 【0045】このアーク高温部日を含むプラズマアークを原料体の丸棒の先端部にあてて、原料体を蒸発させた。原料体の先端は消費していくが、原料体の蒸発を最適に持続させるために、蒸発面位置検出装置13を設けて、プラズマアーク先端と原料体先端との距離を一定に保った。この蒸発面位置検出装置13は、CCDカメラを具備しており、CCDカメラから入力した画像を画像処理システムにより解析し、信号を原料体保持・送り出し装置12に出力し、その信号に応じて原料体保持・送り出し装置12を作動させ、距離を一定に保った。

【0046】原料体から発生したシリコン蒸気は、プラズマアークのガス圧によって、プラズマアークの前方に流れた。このシリコン蒸気を横切るように、反応・冷却ガス吹き付けノズル9から酸素ガスを吹き付け、シリコン蒸気を急速に酸化させて、SiO2 超微粒子を形成させた。形成したSiO2 超微粒子および酸化された蒸発ガスは、蒸発ガス冷却タンク10に移動し、冷却された後に、コレクタ11によってSiO2 超微粒子をコレクタ11下部に設置された捕集容器に捕集した。

【0047】本実施例では、常時、電流値およびアーク形状が安定した運転をすることができた上に、原料の歩留まりは著しく向上した。本実施例の単位時間当たりの生産性は、従来の移行型法に比べて、2~10倍程度であった。それにもかかわらず、単位時間当たりのガス流量は生産性に比例して上げる必要はなく、ガス、電気のコストは大幅に低下した。本実施例の方法では、アーク高温部の断面を同じ電力量で比較した場合、従来の移行型法に比べ、本実施例でのアーク高温部は直径で約1.5倍、断面積で約2倍であった。そのため、原料体断面で蒸発面積が増したため、エネルギーロスは著しく減少

した。また、本実施例の方法は、超微粒子の純度も向上し、純度を99.995重量%にすることができた。 【0048】(実施例2)シリコン単結晶粉砕品を使った超微粒子の製造方法

まず、シリコン単結晶を粉砕して、一辺が約10mmの 粒状の原料とした。蒸発用るつぼをアーク高温部Hが当 たる位置に設置した。なお、この蒸発用るつぼは、直径 が100mmの半球であり、外側に水冷却をするための ジャケットが設けられている。また、蒸発用るつぼの材 質は銅製で、表面には不純物対策としてジルコニアが溶 10 射されている。

【0049】蒸発用るつぼにシリコン単結晶粉砕品を投入した後、実施例1と同様にして、電極22と電極23との間にV字状プラズマアークCを形成させた。このV字状プラズマアークCのV字先端付近のアーク高温部Hを、蒸発用るつぼ中のシリコン単結晶粉砕品にあて、蒸発するつぼ中のシリコン単結晶粉砕品にあて、蒸発させた。原料体から発生したシリコン蒸気は、プラズマアークのガス圧によって、プラズマアークの前方に流れた。このシリコン蒸気を横切るように、反応・冷却コンス吹き付けノズル9から酸素ガスを吹き付け、シリコンス気を急速に酸化させて、SiO2超微粒子を形成させた。形成したSiO2超微粒子および酸化された蒸発ガスは蒸発ガス冷却タンク10に移動し、冷却された後に、コレクタ11によりSiO2超微粒子を蒸発ガス冷却タンク10下部に設置した捕集容器に捕集した。

【0050】(実施例3)金属ビスマス粒の直接蒸発による超微粒子の製造方法

原料として粒径が5mmの金属ビスマス粒を使用した。これを実施例2と同様のるつぼに金属ビスマス粒を投入 30 した後、実施例1と同様にして、電極22と電極23との間にV字状プラズマアークCを形成させた。このV字状プラズマアークCのV字先端付近のアーク高温部Hを、蒸発用るつぼ中のビスマス単結晶粉砕品にあて、蒸発させた。

【0051】原料体から発生したビスマス蒸気は、プラズマアークのガス圧によって、プラズマアークの前方に流れた。このビスマス蒸気を横切るように、反応・冷却ガス吹き付けノズル9から酸素ガスを吹き付け、ビスマス蒸気を急速に酸化させて、 $Bi_2O_3$ 超微粒子を形成させた。形成した $Bi_2O_3$ 超微粒子および酸化された蒸発ガスは蒸発ガス冷却タンク10に移動し、冷却された後に、コレクタ11により $Bi_2O_3$ 超微粒子を蒸発ガス冷却タンク10下部に設置された捕集容器に捕集した。

【0052】本実施例では、アーク高温部Hの面積が大きく、蒸発るつぼ全体を加熱することができるので、従来の移行型法で見られたような、蒸発用るつぼ中の溶融した金属ビスマスの上に、既に蒸発、酸化した粉体が落下して非導電性の膜を形成するといったことがなかっ

た。そのため、非導電性酸化物膜による導電不良はな く、また、非導電性酸化物膜を除去するために運転を停 止する必要がなく、連続運転が可能であった。

【0053】(実施例4)SiOュ 超微粒子の製造方法 本実施例では、図4および図5に示す超微粒子製造装置 を使用した。まず、金属シリコン粗粒(粉砕品、粒度1 mm以下) と樹脂バインダを混合し、直径50mmの丸 棒状に圧縮成型して、金属シリコン粗粒を含む原料体を 作製した。この原料体を原料体保持・送り出し装置12 に取り付けた。次いで、移行型プラズマトーチ4a、4 bの電極22,23を近接させ、作用ガスとしてアルゴ ンを作用ガス吹き出しノズル2 a、2 b から移行型プラ ズマトーチ4 a, 4 b 内に吹き出し、さらに移行型プラ ズマトーチ4a,4bから作用ガスを流出させながら、 電極22と電極23とを直流電圧を印加し通電した。次 いで、この直流電圧に高周波アーク発生手段によって高 周波交流電圧を重畳することにより、高周波アークを発 生させた。そして、高周波アークの誘導により、電極2 2と電極23との間にパイロットアークを発生させた。 【0054】次いで、プラズマトーチ移動手段26を用 いて、2つのプラズマトーチ4a,4bを移動させて、 パイロットアークを次第に延長させ、成長させた。そし て、電極22,23の間にV字状プラズマアークCを形 成させた。また、このV字状プラズマアークCのV字先 端付近には、アーク高温部Hが形成した。

【0055】このアーク高温部日を含むプラズマアークを原料体の丸棒の先端部にあてて、原料体を蒸発させた。原料体の先端は消費していくが、原料体の蒸発を最適に持続させるために、蒸発面位置検出装置13を設けて、プラズマアーク先端と原料体先端との距離を一定に保った。この蒸発面位置検出装置13は、CCDカメラを具備しており、CCDカメラから入力した画像を画像処理システムにより解析し、信号を原料体保持・送り出し装置12に出力し、その信号に応じて原料体保持・送り出し装置12を作動させ、距離を一定に保った。

【0056】原料体から発生したシリコン蒸気は、プラズマアークのガス圧によって、プラズマアークの前方に流れた。このシリコン蒸気を横切るように、反応・冷却ガス吹き付けノズル9から酸素ガスを吹き付け、シリコン蒸気を急速に酸化させて、SiO。超微粒子を形成させた。形成したSiO。超微粒子および酸化された蒸発ガスは、蒸発ガス冷却タンク10に移動し、冷却された後に、コレクタ11によってSiO。超微粒子をコレクタ11下部に設置された捕集容器に捕集した。

【0057】本実施例では、常時、電流値およびアーク 形状が安定した運転をすることができた上に、原料の歩 留まりは著しく向上した。本実施例の単位時間当たりの 生産性は、従来の移行型法に比べて、2~10倍程度で 50 あった。それにもかかわらず、単位時間当たりのガス流 量は生産性に比例して上げる必要はなく、ガス、電気の コストは大幅に低下した。本実施例の方法では、アーク 高温部の断面を同じ電力量で比較した場合、従来の移行 型法に比べ、本実施例でのアーク高温部は直径で約1. 5倍、断面積で約2倍であった。そのため、原料体断面 で蒸発面積が増したため、エネルギーロスは著しく減少 した。また、本実施例の方法は、超微粒子の純度も向上 し、純度を99.995重量%にすることができた。

【0058】 (実施例5) シリコン単結晶粉砕品を使っ た超微粒子の製造方法

まず、シリコン単結晶を粉砕して、一辺が約10mmの 粒状の原料とした。蒸発用るつぼをアーク高温部Hが当 たる位置に設置した。なお、この蒸発用るつぼは、直径 が100mmの半球であり、外側に水冷却をするための ジャケットが設けられている。また、蒸発用るつぼの材 質は銅製で、表面には不純物対策としてジルコニアが溶 射されている。

【0059】蒸発用るつぼにシリコン単結晶粉砕品を投 入した後、実施例4と同様にして、電極22と電極23 との間にV字状プラズマアークCを形成させた。このV 20 字状プラズマアークCのV字先端付近のアーク高温部H を、蒸発用るつぼ中のシリコン単結晶粉砕品にあて、蒸 発させた。原料体から発生したシリコン蒸気は、プラズ マアークのガス圧によって、プラズマアークの前方に流 れた。このシリコン蒸気を横切るように、反応・冷却ガ ス吹き付けノズル9から酸素ガスを吹き付け、シリコン 蒸気を急速に酸化させて、SiOz超微粒子を形成させ た。形成したSiO2超微粒子および酸化された蒸発ガ スは蒸発ガス冷却タンク10に移動し、冷却された後 に、コレクタ11によりSiO2 超微粒子と気体とに分 30 離した。分離したSiO。超微粒子を蒸発ガス冷却タン ク10下部に設置した捕集容器に捕集した。

【0060】(実施例6)金属ビスマス粒の直接蒸発に よる超微粒子の製造方法

原料として粒径が5mmの金属ビスマス粒を使用した。 これを実施例5と同様のるつぼに金属ビスマス粒を投入 した後、実施例4と同様にして、電極22と電極23と の間にV字状プラズマアークCを形成させた。このV字 状プラズマアークCのV字先端付近のアーク高温部H を、蒸発用るつぼ中のビスマス単結晶粉砕品にあて、蒸 40 発させた。

【0061】原料体から発生したビスマス蒸気は、プラ ズマアークのガス圧によって、プラズマアークの前方に 流れた。このビスマス蒸気を横切るように、反応・冷却 ガス吹き付けノズルりから酸素ガスを吹き付け、ビスマ ス蒸気を急速に酸化させて、Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>超微粒子を形成さ せた。形成したBi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>超微粒子および酸化された蒸発 ガスは蒸発ガス冷却タンク10に移動し、冷却された後 に、コレクタ11によりBi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>超微粒子と気体とに分 離した。分離したBi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>超微粒子を蒸発ガス冷却タン 50 H アーク高温部

ク10下部に設置された捕集容器に捕集した。

【0062】本実施例では、アーク高温部Hの面積が大 きく、蒸発るつぼ全体を加熱することができるので、従 来の移行型法で見られたような、蒸発用るつぼ中の溶融 した金属ビスマスの上に、既に蒸発、酸化した粉体が落 下して非導電性の膜を形成するといったことがなかっ た。そのため、非導電性酸化物膜による導電不良はな く、また、非導電性酸化物膜を除去するために運転を停 止する必要がなく、連続運転が可能であった。

18

#### 10 [0063]

【発明の効果】本発明によれば、原料体に通電不要であ り、導電性材料を混合する必要がなくなり、原料体の制 約が少なく、不純物の少ない超微粒子を、高エネルギー 効率かつ低コストで製造することができる。また、製造 装置の簡素化および信頼性を向上させることができる。 また、アーク高温部が大きくなるので、生産性を高くす ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の第一の実施形態における超微粒子の 製造装置を示す上面図である。

【図2】 本発明の第一の実施形態における超微粒子の 製造装置を示す側面図である。

【図3】 第一の実施形態の超微粒子の製造装置におけ る電極間が短絡体によって短絡した状態を示す上面図で

【図4】 本発明の第二の実施形態における超微粒子の 製造装置を示す上面図である。

【図5】 本発明の第二の実施形態における超微粒子の 製造装置を示す側面図である。

【図6】 従来の超微粒子の製造方法である移行型直流 プラズマアーク法に用いられる超微粒子の製造装置の一 例を示す側面図である。

【図7】 従来の超微粒子の製造方法である非移行型直 流プラズマアーク法に用いられる超微粒子の製造装置の 一例を説明する図である。

#### 【符号の説明】

2a, 2b 作用ガス吹き出しノズル

3 原料体

4a, 4b 移行型プラズマトーチ

5 電流電源

6a, 6b プラズマアーク発生手段

9 反応・冷却ガス吹き付けノズル

10 蒸発ガス冷却タンク

22, 23 電極

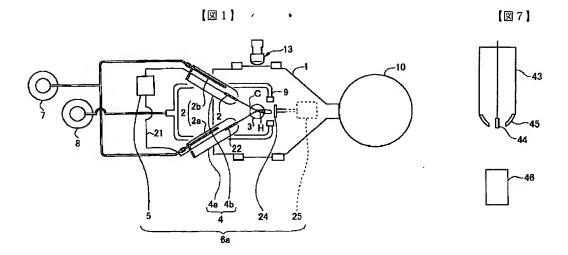
2.4 短絡体

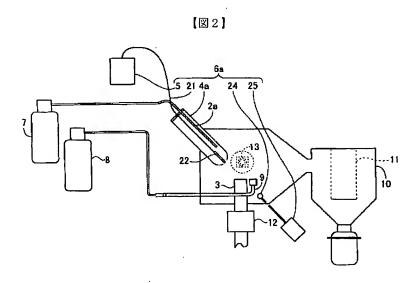
25 短絡体移動手段

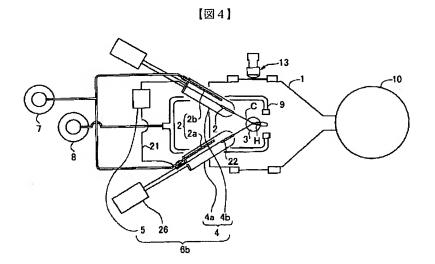
26 プラズマトーチ移動手段

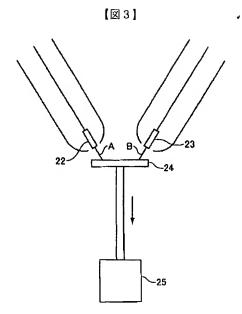
A, B パイロットアーク

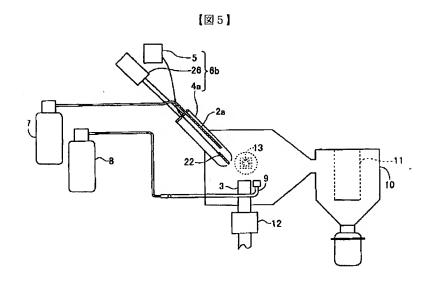
C V字状プラズマアーク











【図6】,

